

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 699- 2014

水质 有机氯农药和氯苯类化合物
的测定 气相色谱-质谱法

Water quality-Determination of organochlorine pesticides and
chlorobenzenes- Gas chromatography mass spectrometry

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2014-03-31 发布

2014-07-01 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	4
9 精密度和准确度.....	5
10 质量保证和质量控制.....	6
11 废物处理.....	7
附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限.....	8
附录 B（资料性附录）目标物的保留时间和特征离子	10
附录 C（资料性附录）方法精密度和准确度	12

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中有机氯农药和氯苯类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中有机氯农药和氯苯类化合物的气相色谱-质谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：泰州市环境监测中心站。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、湖南省环境监测中心站、南京市环境监测中心站、无锡市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站和常州市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2014 年 03 月 31 日批准。

本标准自 2014 年 07 月 01 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法

警告：本方法所使用的试剂和标准溶液为易挥发的有毒化合物，配制过程应在通风柜中进行操作；应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服。

1 适用范围

本标准规定了测定水中有机氯农药和氯苯类化合物的液液萃取或固相萃取/气相色谱-质谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中有机氯农药和氯苯类化合物的测定。

本方法测定的目标物及其方法检出限和测定下限，见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 91	地表水和污水监测技术规范
HJ/T 164	地下水环境监测技术规范
HJ 442	近岸海域环境监测规范

3 方法原理

采用液液萃取或固相萃取方法，萃取样品中有机氯农药和氯苯类化合物，萃取液经脱水、浓缩、净化、定容后经气相色谱质谱仪分离、检测。根据保留时间、碎片离子质荷比及不同离子丰度比定性，内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂和蒸馏水。

- 4.1 正己烷 (C_6H_{14}): 农残级。
- 4.2 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 农残级。
- 4.3 甲醇 (CH_3OH): 农残级。
- 4.4 乙酸乙酯 (C_4H_8O): 农残级。
- 4.5 丙酮 (C_3H_6O): 农残级。
- 4.6 有机氯农药标准溶液: $\rho=10.0mg/L$, 溶剂为正己烷。
- 4.7 氯苯类化合物标准溶液: $\rho=10.0mg/L$, 溶剂为甲醇。
- 4.8 内标贮备液 (氘代 1,4-二氯苯、氘代菲、氘代口): $\rho=4000mg/L$, 溶剂为甲醇。
- 4.9 内标使用液: $\rho=40.0mg/L$ 。
用微量注射器移取 100.0 μ l 内标贮备液 (4.8) 至 10ml 容量瓶中, 用正己烷 (4.1) 定容, 混匀。
- 4.10 替代物 (四氯间二甲苯、十氯联苯) 标准溶液: $\rho=10.0mg/L$, 溶剂为甲醇。
- 4.11 十氟三苯基磷 (DFTPP) 溶液: $\rho=1000.0mg/L$, 溶剂为甲醇。

4.12 十氟三苯基磷使用液

用微量注射器移取 500.0 μ l 十氟三苯基磷溶液 (4.11) 至 10ml 容量瓶中, 用正己烷 (4.1) 定容至标线, 混匀。标准溶液使用后应密封, 置于暗处 4 $^{\circ}$ C 以下保存。

4.13 盐酸溶液 (HCl): 1+1。

4.14 氯化钠 (NaCl)

于 400 $^{\circ}$ C 下灼烧 4h, 冷却后装入磨口玻璃瓶中, 置于干燥器中保存。

4.15 无水硫酸钠 (Na₂SO₄)

于 400 $^{\circ}$ C 下灼烧 4h, 冷却后装入磨口玻璃瓶中, 置于干燥器中保存。

4.16 固相萃取小柱: 填料为 C18 或等效类型填料或组合型填料, 市售, 根据样品中有机物含量决定填料的使用量。

注 1: 若通过实验证实能够满足本方法性能要求, 也可使用其他填料的固相萃取小柱或固相萃取圆盘。

4.17 氦气: 纯度 \geq 99.999%。

4.18 氮气: 纯度 \geq 99.999%。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪: EI 源。

5.2 色谱柱: 石英毛细管柱, 长 30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25 μ m, 固定相为 35% 苯基甲基聚硅氧烷。

5.3 固相萃取装置: 可通过真空泵调节流速, 流速范围 1-20ml/min。

5.4 振荡器: 振荡频率至少达到 240 次/分钟。

5.5 箱式电炉。

5.6 分液漏斗: 1000ml。

5.7 弗罗里 (Florisil) 硅土柱: 500mg/6ml, 粒径 40 μ m, 市售。也可购买硅藻土自制硅土柱, 但须通过实验验证, 满足方法特性指标要求。

5.8 干燥柱: 长 250mm, 内径 20mm, 玻璃活塞不涂润滑油的玻璃柱。在柱的下端, 放入少量玻璃毛或玻璃纤维滤纸, 加入 10g 无水硫酸钠 (4.15)。或其他类似的干燥设备。

5.9 微量注射器: 10 μ l、50 μ l、100 μ l、250 μ l。

5.10 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集和保存

用具有玻璃塞的棕色磨口瓶或具有聚四氟乙烯衬垫的棕色螺口玻璃瓶采集样品。样品采集后立即用盐酸溶液 (4.13) 调节 pH $<$ 2, 4 $^{\circ}$ C 下保存, 7 天内完成萃取, 40 天内完成分析。

6.2 试样的制备

6.2.1 液液萃取

6.2.1.1 量取 100.0ml 水样至分液漏斗中, 加入 20.0 μ l 替代物标准溶液 (4.10), 混匀。

6.2.1.2 加入 10g 氯化钠 (4.14), 振荡至完全溶解后, 加入 15ml 正己烷 (4.1), 剧烈振荡 15min (注意放气), 静置 15min 分层; 再重复萃取一次, 合并萃取液并经干燥柱脱水, 浓缩至小于 4ml。

注 2：对于成分比较复杂的生活污水、工业废水，如果萃取过程中乳化现象严重，宜采用机械手段完成两相分离，包括搅动、离心、用玻璃棉过滤等方法破乳，也可采用冷冻的方法破乳；对于海水、高盐工业废水等样品，应当减少氯化钠的用量。

6.2.1.3 弗罗里硅藻土净化：用 8ml 正己烷（4.1）浸润弗罗里硅藻土，在液面消失前，将萃取液转移至小柱上，用 1~2ml 正己烷洗涤浓缩管，洗涤液一并上柱（注意：应始终保持填料上方留有液面），用 10ml 丙酮/正己烷（1:9）洗脱，收集所有洗脱液。

注 3：净化时洗脱流速应控制在约 5ml/min；对于较为清洁的地下水、地表水、海水样品，可省略净化步骤。

6.2.1.4 定容：将洗脱液浓缩至小于 1ml，加入 5.0 μ l 内标使用液（4.9），用正己烷（4.1）定容至 1.0ml，混匀，移入自动进样小瓶，待测。

6.2.2 固相萃取

6.2.2.1 量取 200.0ml 水样，加入 10ml 甲醇（4.3），加入 20.0 μ l 替代物标准溶液（4.10），混匀。

6.2.2.2 活化：依次用 5ml 乙酸乙酯（4.4）、5ml 甲醇（4.3）和 10ml 水，活化固相萃取小柱，流速约为 5ml/min。

注 4：活化过程中，应避免固相萃取小柱填料上方的液面被抽干，否则需重新活化。

6.2.2.3 上样：使水样以 10ml/min 的流速通过固相萃取小柱，上样完毕后，用 10ml 水淋洗固相萃取小柱，抽干小柱。

6.2.2.4 洗脱：依次用 2.5ml 乙酸乙酯（4.4）、5ml 二氯甲烷（4.2）洗脱固相萃取小柱，流速约为 5ml/min，收集洗脱液至浓缩管中。

6.2.2.5 干燥：将洗脱液通过干燥柱，用少量二氯甲烷（4.2）洗涤浓缩管 2~3 次，将洗涤液一并过干燥柱脱水。收集所有脱水后的洗脱液至浓缩管中，浓缩至约 3ml。

6.2.2.6 转换溶剂为正己烷，净化、定容：操作步骤参见 6.2.1.3 和 6.2.1.4。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱参考条件

进样口温度：250 $^{\circ}$ C，不分流进样。

柱箱温度：80 $^{\circ}$ C（1min） $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 150 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 300 $^{\circ}$ C（5min）。

柱流量 1.0ml/min。

7.1.2 质谱参考条件

传输线温度：300 $^{\circ}$ C。

离子源温度：300 $^{\circ}$ C。

离子源电子能量：70eV。

质量范围：45-550amu。

数据采集方式：选择离子扫描（SIM）。

7.2 校准

7.2.1 仪器性能检查

仪器使用前用全氟三丁胺对质谱仪进行调谐。样品分析前以及每运行 12h 需注入 1.0 μ l 十氟三苯基磷 (DFTPP) 溶液 (4.12), 对仪器整个系统进行检查, 所得质量离子的丰度应满足表 1 的要求。

表 1 DFTPP 关键离子及离子丰度评价

质量离子 m/z	丰度评价	质量离子 m/z	丰度评价
51	强度为 198 碎片的 30-60%	199	强度为 198 碎片的 5-9%
68	强度小于 69 碎片的 2%	275	强度为 198 碎片的 10-30%
70	强度小于 69 碎片的 2%	365	强度大于 198 碎片的 1%
127	强度为 198 碎片的 40-60%	441	存在但不超过 443 碎片的强度
197	强度小于 198 碎片的 <1%	442	强度大于 198 碎片的 40%
198	基峰, 相对强度 100%	443	强度为 442 碎片的 17-23%

7.2.2 校准曲线的绘制

配制有机氯农药、氯苯类化合物和替代物的标准溶液系列, 标准系列浓度分别为: 20.0 μ g/L、50.0 μ g/L、100 μ g/L、200 μ g/L、500 μ g/L、1000 μ g/L; 分别加入内标使用液 (4.9), 使其浓度均为 200 μ g/L。按照仪器参考条件 (7.1) 进行分析, 得到不同浓度各目标化合物的质谱图。以目标化合物浓度与内标化合物浓度的比值为横坐标, 以目标化合物定量离子的响应值与内标化合物定量离子响应值的比值为纵坐标, 绘制标准曲线。

7.3 样品测定

取待测试样 (6.2), 按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。

7.4 空白试验

在分析样品的同时, 取相同体积的纯水, 按照试样的制备 (6.2) 制备空白试样, 按照与绘制校准曲线相同的仪器分析条件进行测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据样品中目标化合物的保留时间 (RT)、碎片离子质荷比以及不同离子丰度比 (Q) 定性。有机氯农药和氯苯类化合物的保留时间和特征离子, 见附录 B。

样品中目标化合物的保留时间与期望保留时间 (即标准溶液中的平均相对保留时间) 的相对偏差应控制在 $\pm 3\%$ 以内; 样品中目标化合物的不同碎片离子丰度比与期望 Q 值 (即标准溶液中碎片离子的平均离子丰度比) 的相对偏差应控制在 $\pm 30\%$ 以内。

有机氯农药、氯苯类化合物标准物质的选择离子扫描总离子流图, 见图 1。

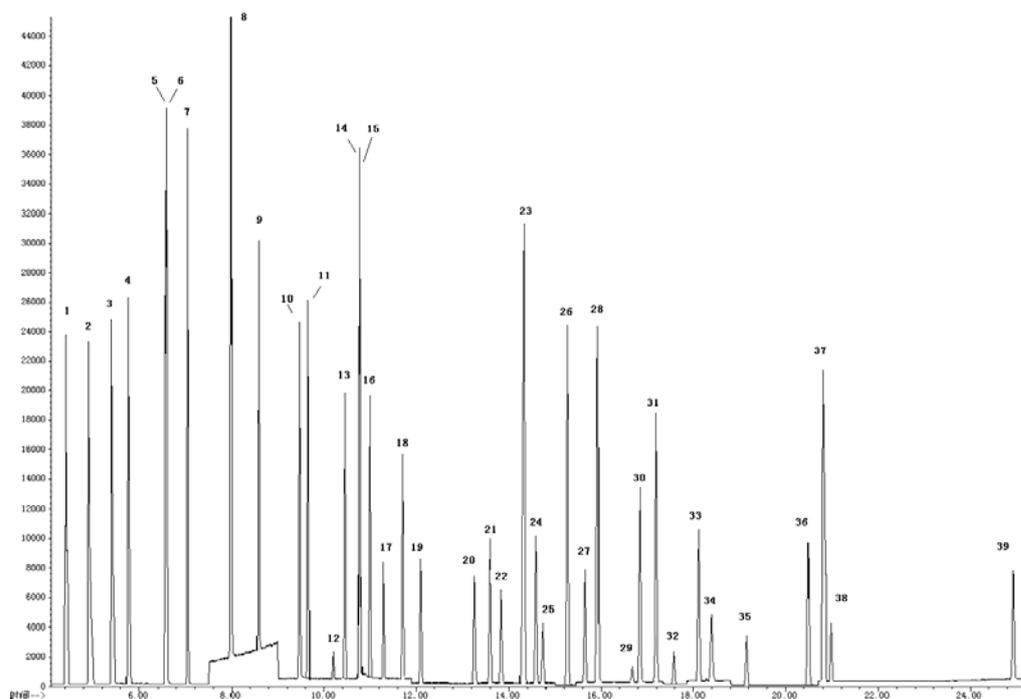


图 1 有机氯农药和氯苯类化合物 (SIM) 总离子流图

图中化合物按保留时间排列依次为: 1-氘代 1,4-二氯苯, 2-1,3,5-三氯苯, 3-1,2,4-三氯苯, 4-1,2,3-三氯苯, 5-1,2,4,5-四氯苯, 6-1,2,3,5-四氯苯, 7-1,2,3,4-四氯苯, 8-五氯苯, 9-四氯间二甲苯, 10-六氯苯, 11-甲体六六六, 12-五氯硝基苯, 13-丙体六六六, 14-氘代菲, 15-乙体六六六, 16-七氯, 17-丁体六六六, 18-艾氏剂, 19-三氯杀螨醇, 20-外环氧七氯, 21-环氧七氯, 22- γ -氯丹, 23-*o,p'*-DDE, 24- α -氯丹, 25-硫丹 1, 26-*p,p'*-DDE, 27-狄氏剂, 28-*o,p*-DDD, 29-异狄氏剂, 30-*p,p'*-DDD, 31-*o,p'*-DDT, 32-硫丹 2, 33-*p,p'*-DDT, 34-异狄氏剂醛, 35-硫丹硫酸酯, 36-甲氧滴滴涕, 37-氘代口, 38-异狄氏剂酮, 39-十氯联苯。各化合物保留时间参见附表 B.1。

8.2 定量分析

以选择离子扫描方式采集数据, 内标法定量。样品中目标物的质量浓度 ρ_i ($\mu\text{g/L}$), 按照公式 (1) 进行计算。

$$\rho_i = \frac{\rho_{is} \times V}{V_s} \quad (1)$$

式中:

ρ_i ——样品中有机氯农药和氯苯类化合物或替代物的浓度, $\mu\text{g/L}$;

ρ_{is} ——根据标准曲线查得的有机氯农药和氯苯类化合物或替代物的浓度, $\mu\text{g/L}$;

V ——试样体积, ml;

V_s ——水样体积, ml。

8.3 结果表示

当测定结果大于 $1.00\mu\text{g/L}$ 时, 数据保留三位有效数字; 当结果小于 $1.00\mu\text{g/L}$ 时, 数据保留两位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

液液萃取：6家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.050μg/L, 0.200μg/L, 0.800μg/L 的统一样品进行了测定，实验室内相对标准偏差 0.30%~7.8%、实验室间相对标准偏差 0.04%~17%、重复性限 0.031~0.80μg/L、再现性限 0.017~1.1μg/L，具体精密度数据参见附录 C。

固相萃取：6家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.025μg/L, 0.100μg/L, 0.400μg/L 的统一样品进行了测定，实验室内相对标准偏差 0.50%~13%、实验室间相对标准偏差 0.78%~8.1%、重复性限 0.015~0.54μg/L、再现性限 0.021~0.69μg/L，具体精密度数据参见附录 C。

9.2 准确度

液液萃取：6家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.050μg/L, 0.200μg/L, 0.800μg/L 的统一样品进行了分析测定，加标回收率范围为 73.6%~116%。具体准确度数据参见附录 C。

固相萃取：6家实验室分别对含有机氯农药和氯苯类化合物浓度为 0.025μg/L, 0.100μg/L, 0.400μg/L 的统一样品进行了分析测定，加标回收率范围为 36.6%~124%。具体准确度数据参见附录 C。

10 质量保证和质量控制

10.1 仪器性能检测

样品分析前以及每运行 12 小时，应对气相色谱质谱系统进行检查，分别注入 1.0μl p,p'-DDT (1.0mg/L) 和 1.0μl 异狄氏剂 (1.0mg/L)，测定其降解率，计算公式见公式 (2)~(4)。

如果滴滴涕的降解率≥20%，或异狄氏剂的降解率≥20%，或总降解率≥30%，则应对进样口和色谱柱进行维护，系统检查合格后方可进行测定。

$$\text{滴滴涕的降解率}\% = \frac{(\text{p,p'-DDE} + \text{p,p'-DDD})\text{的浓度}}{(\text{p,p'-DDE} + \text{p,p'-DDD} + \text{p,p'-DDT})\text{的浓度}} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{异狄氏剂的降解率}\% = \frac{(\text{异狄氏剂醛} + \text{异狄氏剂酮})\text{的浓度}}{(\text{异狄氏剂} + \text{异狄氏剂醛} + \text{异狄氏剂酮})\text{的浓度}} \times 100\% \quad (3)$$

$$\text{总降解率}\% = \text{滴滴涕降解率}\% + \text{异狄氏剂降解率}\% \quad (4)$$

10.2 空白试验

每批样品至少做一个空白试验，也即全程序空白试验。如果目标化合物有检出，应查明原因。

10.3 校准

标准曲线相关系数均应大于 0.995。

每 12 小时利用标准曲线中间浓度点进行标准曲线核查，目标化合物的测定值与标准值间的偏差应在±20%以内，否则应重新绘制标准曲线。 ρ_c 与初始校准曲线 ρ_i 的偏差 (D%)，按照公式 (5) 进行计算。

$$D\% = \frac{\rho_c - \rho_i}{\rho_i} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

D%——校准物的计算浓度与标准浓度的相对偏差；

ρ_i ——校准物的标准浓度；

ρ_c ——用所选择的定量方法测定的该校准物浓度。

10.4 平行样测定

每批样品应至少测定 10% 的平行双样，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样。当测定结果为 10 倍检出限以内（包括 10 倍检出限），平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 50\%$ ；当测定结果大于 10 倍检出限，平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

10.5 样品加标回收率测定

每批样品至少做一次加标回收率测定，实际样品的加标回收率应在允许的范围内，与该方法性能指标相符。

10.6 替代回收物测定

10.6.1 液液萃取

四氯间二甲苯和十氯联苯的回收率（%）应在 80%~120% 范围内，否则应重新处理样品。

10.6.2 固相萃取

四氯间二甲苯的回收率（%）应在 30%~120% 范围内，十氯联苯的回收率（%）应在 60%~120% 范围内，否则应重新处理样品。

11 废物处理

实验过程中产生的大量废液，应放置于适当的密闭容器中保存；实验过程中使用过的硅胶、弗罗里硅藻土等为危险废物，实验结束后，应一并交由有资质的单位处理。

附录 A

(规范性附录)

方法检出限和测定下限

附表 A.1 给出了目标物的检出限、测定下限。

附表 A.1 方法检出限及测定下限

单位: $\mu\text{g/L}$

序号	目标化合物	液液萃取 (取样量为 100ml)		固相萃取 (取样量为 200ml)	
		方法检出限	测定下限	方法检出限	测定下限
1	1,3,5-三氯苯	0.037	0.15	0.030	0.12
2	1,2,4-三氯苯	0.038	0.16	0.027	0.11
3	1,2,3-三氯苯	0.046	0.19	0.028	0.12
4	1,2,4,5-四氯苯	0.038	0.16	0.021	0.084
5	1,2,3,5-四氯苯	0.038	0.16	0.024	0.096
6	1,2,3,4-四氯苯	0.038	0.16	0.025	0.10
7	五氯苯	0.043	0.18	0.030	0.12
8	六氯苯	0.043	0.18	0.026	0.11
9	甲体六六六	0.056	0.23	0.025	0.10
10	五氯硝基苯	0.036	0.15	0.021	0.084
11	丙体六六六	0.025	0.10	0.022	0.088
12	乙体六六六	0.037	0.15	0.034	0.14
13	七氯	0.042	0.17	0.031	0.13
14	丁体六六六	0.060	0.24	0.033	0.14
15	艾氏剂	0.035	0.14	0.069	0.28
16	三氯杀螨醇	0.031	0.13	0.025	0.10
17	外环氧七氯	0.053	0.22	0.031	0.13
18	环氧七氯	0.040	0.16	0.026	0.11
19	γ -氯丹	0.044	0.18	0.032	0.13
20	o,p'-DDE	0.046	0.19	0.027	0.11
21	α -氯丹	0.055	0.22	0.027	0.11
22	硫丹 1	0.032	0.13	0.033	0.14

序号	目标化合物	液液萃取（取样量为 100ml）		固相萃取（取样量为 200ml）	
		方法检出限	测定下限	方法检出限	测定下限
23	p,p'-DDE	0.036	0.15	0.027	0.11
24	狄氏剂	0.043	0.18	0.027	0.11
25	o,p'-DDD	0.038	0.16	0.025	0.10
26	异狄氏剂	0.046	0.19	0.056	0.23
27	p,p'-DDD	0.048	0.20	0.028	0.12
28	o,p'-DDT	0.031	0.13	0.031	0.13
29	硫丹 2	0.044	0.18	0.037	0.15
30	p,p'-DDT	0.043	0.18	0.032	0.13
31	异狄氏剂醛	0.051	0.16	0.029	0.12
32	硫丹硫酸酯	0.043	0.18	0.024	0.10
33	甲氧滴滴涕	0.039	0.16	0.065	0.26
34	异狄氏剂酮	0.046	0.19	0.031	0.13

注：本方法六六六、滴滴涕的检出限不能满足《地下水质量标准》（GB/T 14848-93）的限值要求，可以通过增加采样体积的方法满足限值要求。

附录 B

(资料性附录)

目标物的保留时间和特征离子

附表 B.1 给出了目标物的出峰顺序、保留时间、目标离子和辅助离子等测定参数。

附表 B.1 有机氯农药和氯苯类化合物保留时间和特征离子

序号	化合物名称	保留时间	目标离子	辅助离子	备注
1	氘代 1,4-二氯苯	4.452	150	115	内标化合物
2	1,3,5-三氯苯	4.903	180	74、145	目标化合物
3	1,2,4-三氯苯	5.402	180	145、74	目标化合物
4	1,2,3-三氯苯	5.756	180	145、109	目标化合物
5	1,2,4,5-四氯苯	6.566	216	179、74	目标化合物
6	1,2,3,5-四氯苯	6.593	216	179、74	目标化合物
7	1,2,3,4-四氯苯	7.043	216	108	目标化合物
8	五氯苯	7.990	250	108	目标化合物
9	四氯间二甲苯	8.585	207	244、136	替代回收物
10	六氯苯	9.473	284	142	目标化合物
11	甲体六六六	9.660	181	219、109	目标化合物
12	五氯硝基苯	10.226	237	214、142、109	目标化合物
13	丙体六六六	10.453	181	111	目标化合物
14	氘代菲	10.781	188	80	内标化合物
15	乙体六六六	10.989	181	109	目标化合物
16	七氯	11.294	100	272、65、109	目标化合物
17	丁体六六六	11.706	220	181、111	目标化合物
18	艾氏剂	12.090	66	91、79、220	目标化合物
19	三氯杀螨醇	13.251	139	251、141	目标化合物
20	外环氧七氯	13.606	81	353、217、183	目标化合物
21	环氧七氯	13.835	81	183、217、353	目标化合物
22	γ -氯丹	14.325	375	237	目标化合物
23	o,p'-DDE	14.353	246	318	目标化合物

序号	化合物名称	保留时间	目标离子	辅助离子	备注
24	α -氯丹	14.593	375	237	目标化合物
25	硫丹 1	14.752	241	195	目标化合物
26	p,p'-DDE	15.278	246	318、176	目标化合物
27	狄氏剂	15.652	79	81	目标化合物
28	o,p-DDD	15.924	235	165、199	目标化合物
29	异狄氏剂	16.672	81	67	目标化合物
30	p,p'-DDD	16.875	235	165	目标化合物
31	o,p'-DDT	17.184	235	165、199	目标化合物
32	硫丹 2	17.586	195	237、159、195	目标化合物
33	p,p'-DDT	18.124	235	165	目标化合物
34	异狄氏剂醛	18.391	67	345、250	目标化合物
35	硫丹硫酸酯	19.154	272	387	目标化合物
36	甲氧滴滴涕	20.482	227	113	目标化合物
37	氘代口	20.628	240	120、324	内标化合物
38	异狄氏剂酮	20.992	67	317	目标化合物
39	十氯联苯	24.941	498	214	替代回收物

附录 C

(资料性附录)

方法精密度和准确度

附表 C.1~C.4 中给出了方法的重复性、再现性和加标回收率等精密度和准确度指标。

附表 C.1 精密度汇总表 (液液萃取)

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准 偏差范围 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	1,3,5-三氯苯	0.500	2.4~3.8	2.8	0.038	0.045
		2.00	2.5~3.6	5.6	0.13	0.26
		8.00	1.8~4.7	2.0	0.58	0.63
2	1,2,4-三氯苯	0.500	2.2~4.7	2.7	0.035	0.042
		2.00	2.7~5.2	4.4	0.18	0.26
		8.00	1.6~2.9	1.5	0.33	0.39
3	1,2,3-三氯苯	0.500	1.8~3.7	2.3	0.031	0.037
		2.00	2.5~4.2	3.9	0.14	0.22
		8.00	1.6~2.9	2.3	0.38	0.53
4	1,2,4,5-四氯苯	0.500	1.7~4.1	2.2	0.035	0.041
		2.00	2.9~5.0	4.2	0.21	0.28
		8.00	1.4~2.9	1.7	0.48	0.55
5	1,2,3,5-四氯苯	0.500	1.6~4.8	3.3	0.041	0.054
		2.00	2.7~5.0	5.2	0.19	0.31
		8.00	0.8~2.8	2.4	0.41	0.61
6	1,2,3,4-四氯苯	0.500	1.7~5.1	4.6	0.043	0.067
		2.00	2.3~4.7	6.3	0.17	0.35
		8.00	0.9~2.7	2.4	0.38	0.60
7	五氯苯	0.500	2.4~3.7	3.8	0.039	0.062
		2.00	1.9~5.3	5.4	0.20	0.34
		8.00	1.3~2.7	2.1	0.43	0.59
8	六氯苯	0.500	0.7~3.4	2.7	0.032	0.049
		2.00	1.8~4.8	6.9	0.19	0.43
		8.00	0.9~3.1	2.9	0.46	0.77
9	甲体六六六	0.500	1.5~4.8	4.6	0.033	0.058
		2.00	3.2~5.1	5.4	0.21	0.39
		8.00	0.7~2.3	2.8	0.34	0.61
10	五氯硝基苯	0.500	1.6~4.1	3.0	0.042	0.048
		2.00	2.7~4.8	5.8	0.20	0.39
		8.00	0.3~2.9	2.0	0.36	0.57
11	丙体六六六	0.500	1.9~3.9	3.2	0.034	0.046
		2.00	2.2~6.1	5.0	0.22	0.33

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准 偏差范围 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
		8.00	1.2~2.5	5.0	0.37	0.56
12	乙体六六六	0.500	2.3~5.2	5.4	0.042	0.069
		2.00	1.5~6.0	6.1	0.20	0.35
		8.00	1.0~2.6	1.0	0.37	0.38
13	七氯	0.500	1.5~3.6	14	0.031	0.17
		2.00	1.6~6.3	2.5	0.24	0.26
		8.00	0.7~2.4	2.2	0.32	0.52
14	丁体六六六	0.500	1.1~4.2	10	0.036	0.13
		2.00	2.3~7.1	6.6	0.21	0.38
		8.00	0.8~3.2	2.3	0.39	0.55
15	艾氏剂	0.500	2.5~3.7	2.6	0.042	0.052
		2.00	2.5~4.3	1.7	0.18	0.19
		8.00	1.0~3.1	2.1	0.41	0.56
16	三氯杀螨醇	0.500	1.6~5.7	5.8	0.052	0.11
		2.00	1.8~7.1	5.7	0.28	0.45
		8.00	0.7~2.4	1.2	0.40	0.46
17	外环氧七氯	0.500	1.6~3.8	3.7	0.041	0.067
		2.00	3.0~6.1	3.5	0.30	0.34
		8.00	0.8~2.4	1.1	0.40	0.44
18	环氧七氯	0.500	1.7~4.8	1.5	0.052	0.052
		2.00	2.3~9.2	2.0	0.27	0.27
		8.00	1.5~2.4	1.5	0.44	0.52
19	γ -氯丹	0.500	2.2~5.0	2.2	0.045	0.050
		2.00	1.2~7.8	12	0.31	0.75
		8.00	0.8~3.3	0.04	0.46	0.80
20	o,p'-DDE	0.500	1.2~5.5	9.1	0.050	0.13
		2.00	1.7~4.5	4.9	0.19	0.31
		8.00	0.8~2.0	1.4	0.32	0.43
21	α -氯丹	0.500	2.0~4.4	6.4	0.042	0.093
		2.00	2.1~5.7	1.9	0.21	0.22
		8.00	0.9~2.1	2.1	0.33	0.56
22	硫丹 1	0.500	2.0~3.7	16	0.038	0.20
		2.00	1.6~7.0	7.9	0.24	0.45
		8.00	1.0~6.5	3.4	0.80	1.0
23	p,p'-DDE	0.500	2.0~4.9	10	0.045	0.14
		2.00	3.1~6.1	4.5	0.20	0.29
		8.00	1.1~4.0	2.8	0.54	0.76
24	狄氏剂	0.500	1.7~7.8	8.9	0.063	0.13
		2.00	2.2~5.6	3.5	0.21	0.27
		8.00	1.1~2.3	1.1	0.36	0.41

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准 偏差范围 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
25	o,p-DDD	0.500	1.3~5.9	3.1	0.062	0.071
		2.00	1.7~4.1	4.3	0.19	0.28
		8.00	0.8~1.8	1.6	0.31	0.45
26	异狄氏剂	0.500	1.4~4.6	14	0.039	0.16
		2.00	1.3~8.7	17	0.26	0.83
		8.00	1.4~3.3	1.3	0.46	0.47
27	p,p'-DDD	0.500	1.4~7.3	11	0.058	0.15
		2.00	1.9~4.3	2.7	0.17	0.21
		8.00	1.1~2.5	1.2	0.35	0.40
28	o,p'-DDT	0.500	1.3~9.7	5.9	0.064	0.093
		2.00	2.3~5.9	3.7	0.22	0.28
		8.00	1.6~2.3	1.4	0.38	0.45
29	硫丹 2	0.500	1.8~4.9	12	0.045	0.15
		2.00	1.8~4.9	1.9	0.20	0.21
		8.00	0.8~2.7	2.6	0.35	0.58
30	p,p'-DDT	0.500	2.0~4.7	5.2	0.046	0.080
		2.00	1.5~4.4	3.9	0.17	0.25
		8.00	1.4~2.5	4.7	0.41	1.1
31	异狄氏剂醛	0.500	2.4~4.4	1.5	0.045	0.046
		2.00	2.2~4.2	4.2	0.17	0.27
		8.00	0.7~3.4	3.2	0.46	0.79
32	硫丹硫酸酯	0.500	1.0~4.6	2.5	0.043	0.052
		2.00	2.3~7.9	4.4	0.23	0.31
		8.00	1.1~2.5	3.6	0.36	0.84
33	甲氧滴滴涕	0.500	3.2~5.9	4.4	0.065	0.085
		2.00	2.6~5.1	2.5	0.19	0.22
		8.00	0.9~2.3	2.9	0.40	0.77
34	异狄氏剂酮	0.500	1.5~4.4	4.4	0.044	0.073
		2.00	2.5~4.0	2.5	0.19	0.22
		8.00	0.8~3.0	1.4	0.48	0.53

附表 C.2 精密度汇总表 (固相萃取)

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准 偏差范围 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
1	1,3,5-三氯苯	0.250	4.3~6.1	5.2	0.015	0.021
		1.00	4.6~6.2	2.5	0.061	0.064
		4.00	3.6~4.5	2.5	0.20	0.22
2	1,2,4-三氯苯	0.250	6.5~7.7	2.6	0.030	0.031
		1.00	1.5~2.1	2.1	0.032	0.049

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准 偏差范围 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
		4.00	3.4~4.4	2.9	0.28	0.34
3	1,2,3-三氯苯	0.250	5.2~6.7	3.8	0.027	0.031
		1.00	1.9~2.7	2.9	0.040	0.066
		4.00	2.6~4.1	5.0	0.29	0.53
4	1,2,4,5-四氯苯	0.250	5.2~8.0	7.9	0.023	0.036
		1.00	2.4~3.7	4.4	0.039	0.074
		4.00	3.0~5.0	5.6	0.18	0.33
5	1,2,3,5-四氯苯	0.250	3.7~5.2	3.5	0.021	0.027
		1.00	2.0~4.1	3.0	0.058	0.082
		4.00	1.6~3.1	3.0	0.17	0.28
6	1,2,3,4-四氯苯	0.250	5.3~7.6	4.4	0.029	0.034
		1.00	3.1~4.5	2.7	0.072	0.086
		4.00	2.0~3.3	4.9	0.22	0.46
7	五氯苯	0.250	3.8~7.0	5.0	0.018	0.025
		1.00	2.9~4.7	2.9	0.055	0.070
		4.00	1.7~4.3	5.4	0.16	0.38
8	六氯苯	0.250	2.5~5.0	3.5	0.020	0.026
		1.00	0.5~2.2	1.8	0.029	0.048
		4.00	0.6~4.2	2.4	0.20	0.28
9	甲体六六六	0.250	2.2~6.1	3.2	0.026	0.031
		1.00	0.8~1.9	1.0	0.037	0.043
		4.00	2.3~4.9	1.5	0.33	0.34
10	五氯硝基苯	0.250	2.4~6.3	4.9	0.024	0.035
		1.00	1.1~3.3	2.2	0.044	0.063
		4.00	1.1~3.8	2.6	0.19	0.30
11	丙体六六六	0.250	3.0~7.1	4.7	0.032	0.041
		1.00	0.6~2.9	0.8	0.044	0.044
		4.00	2.2~5.4	4.0	0.39	0.53
12	乙体六六六	0.250	2.4~5.5	5.6	0.027	0.043
		1.00	0.6~4.7	1.3	0.072	0.074
		4.00	2.0~4.8	2.6	0.33	0.42
13	七氯	0.250	2.3~6.9	2.2	0.024	0.025
		1.00	1.6~6.4	2.5	0.084	0.092
		4.00	2.9~4.6	4.9	0.34	0.50
14	丁体六六六	0.250	3.0~5.6	3.5	0.028	0.035
		1.00	3.8~6.7	4.6	0.16	0.19
		4.00	1.2~4.4	1.4	0.31	0.32
15	艾氏剂	0.250	6.2~12.4	4.8	0.029	0.032
		1.00	2.1~7.6	4.8	0.066	0.084
		4.00	4.8~8.6	5.6	0.35	0.46

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准 偏差范围 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
16	三氯杀螨醇	0.250	2.7~8.9	7.4	0.038	0.057
		1.00	1.1~6.6	1.8	0.071	0.075
		4.00	1.9~6.5	2.2	0.35	0.36
17	外环氧七氯	0.250	3.5~5.4	2.2	0.027	0.027
		1.00	1.1~3.7	1.2	0.070	0.070
		4.00	2.7~5.4	2.1	0.48	0.50
18	环氧七氯	0.250	3.1~7.1	2.5	0.033	0.034
		1.00	2.4~4.6	1.6	0.088	0.089
		4.00	2.0~4.9	2.5	0.39	0.43
19	γ -氯丹	0.250	3.7~7.4	5.3	0.026	0.031
		1.00	1.9~5.7	3.1	0.077	0.085
		4.00	3.4~8.8	3.0	0.37	0.38
20	o,p'-DDE	0.250	3.4~6.3	3.6	0.026	0.031
		1.00	1.6~5.0	1.5	0.085	0.086
		4.00	1.8~5.4	1.4	0.33	0.33
21	α -氯丹	0.250	2.7~9.2	6.4	0.031	0.041
		1.00	2.3~9.3	2.7	0.12	0.12
		4.00	2.2~5.8	2.0	0.37	0.37
22	硫丹 1	0.250	2.6~8.1	3.2	0.031	0.034
		1.00	1.4~4.2	1.5	0.071	0.074
		4.00	2.7~6.6	4.3	0.54	0.66
23	p,p'-DDE	0.250	3.4~7.0	8.1	0.026	0.046
		1.00	2.2~7.4	4.1	0.11	0.13
		4.00	1.9~6.9	4.3	0.39	0.51
24	狄氏剂	0.250	2.8~5.0	2.6	0.023	0.026
		1.00	1.9~3.7	1.9	0.074	0.081
		4.00	2.3~6.6	2.6	0.48	0.50
25	o,p-DDD	0.250	3.0~6.8	3.9	0.030	0.034
		1.00	3.1~4.7	2.4	0.089	0.098
		4.00	2.3~6.2	3.7	0.44	0.54
26	异狄氏剂	0.250	2.3~6.4	2.1	0.031	0.031
		1.00	1.2~6.4	6.5	0.16	0.23
		4.00	2.4~4.5	2.9	0.44	0.54
27	p,p'-DDD	0.250	3.3~6.6	2.6	0.028	0.030
		1.00	1.9~3.1	1.1	0.064	0.064
		4.00	2.6~6.9	4.4	0.47	0.58
28	o,p'-DDT	0.250	4.0~6.8	2.3	0.028	0.029
		1.00	2.2~5.3	3.6	0.095	0.17
		4.00	2.5~4.7	5.9	0.37	0.61
29	硫丹 2	0.250	2.8~4.6	2.0	0.026	0.026

序号	化合物名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内标准 偏差范围 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 ($\mu\text{g/L}$)
		1.00	1.4~3.5	2.2	0.072	0.084
		4.00	2.5~5.6	5.1	0.50	0.67
30	p,p'-DDT	0.250	3.0~6.6	4.4	0.026	0.033
		1.00	1.7~4.1	2.5	0.062	0.078
		4.00	2.8~6.9	2.5	0.36	0.39
31	异狄氏剂醛	0.250	3.6~4.9	2.4	0.023	0.025
		1.00	1.3~3.8	1.8	0.071	0.078
		4.00	2.8~6.0	5.6	0.47	0.69
32	硫丹硫酸酯	0.250	3.2~6.7	2.5	0.029	0.031
		1.00	1.8~4.3	2.0	0.079	0.086
		4.00	2.0~5.4	1.8	0.39	0.40
33	甲氧滴滴涕	0.250	2.6~8.4	2.7	0.043	0.043
		1.00	3.3~10.5	3.7	0.23	0.25
		4.00	1.9~4.9	1.8	0.45	0.46
34	异狄氏剂酮	0.250	2.8~6.0	2.5	0.033	0.034
		1.00	1.3~4.6	2.1	0.080	0.090
		4.00	3.1~7.3	2.3	0.52	0.54

附表 C.3 准确度汇总表 (液液萃取)

序号	化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
1	1,3,5-三氯苯	生活污水	0.500	64.3~79.8	70.4 \pm 3.8
		工业废水	2.00	66.1~81.5	72.9 \pm 3.8
		海水	8.00	65.5~80.6	70.7 \pm 3.8
2	1,2,4-三氯苯	生活污水	0.500	73.8~79.4	71.4 \pm 3.7
		工业废水	2.00	76.5~81.4	68.6 \pm 3.4
		海水	8.00	57.0~74.4	64.5 \pm 3.9
3	1,2,3-三氯苯	生活污水	0.500	63.6~78.3	70.7 \pm 3.2
		工业废水	2.00	57.5~75.1	69.8 \pm 3.1
		海水	8.00	75.9~79.7	77.6 \pm 2.8
4	1,2,4,5-四氯苯	生活污水	0.500	68.7~77.0	73.1 \pm 3.4
		工业废水	2.00	60.7~74.5	69.3 \pm 1.7
		海水	8.00	62.8~78.2	70.4 \pm 3.6
5	1,2,3,5-四氯苯	生活污水	0.500	74.5~88.6	81.5 \pm 2.8
		工业废水	2.00	67.7~90.8	82.4 \pm 2.6
		海水	8.00	66.5~93.5	85.9 \pm 5.2
6	1,2,3,4-四氯苯	生活污水	0.500	76.4~92.1	83.7 \pm 3.9
		工业废水	2.00	69.2~93.9	86.4 \pm 3.2
		海水	8.00	77.5~93.0	85.6 \pm 4.0

序号	化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
7	五氯苯	生活污水	0.500	89.7~94.3	91.8 \pm 3.1
		工业废水	2.00	90.3~95.5	92.7 \pm 4.0
		海水	8.00	86.8~93.3	90.3 \pm 4.9
8	六氯苯	生活污水	0.500	95.8~100.4	97.8 \pm 3.6
		工业废水	2.00	96.2~103.4	99.7 \pm 5.2
		海水	8.00	94.5~98.3	96.2 \pm 2.6
9	甲体六六六	生活污水	0.500	75.6~81.2	78.4 \pm 4.5
		工业废水	2.00	81.5~86.4	83.7 \pm 3.7
		海水	8.00	78.5~85.4	82.5 \pm 5.1
10	五氯硝基苯	生活污水	0.500	101.4~106.0	103.5 \pm 3.1
		工业废水	2.00	105.7~112.3	108.8 \pm 4.4
		海水	8.00	98.5~105.3	102.2 \pm 4.8
11	丙体六六六	生活污水	0.500	79.8~83.4	81.6 \pm 2.8
		工业废水	2.00	79.5~89.5	83.6 \pm 7.3
		海水	8.00	81.4~87.1	84.0 \pm 3.9
12	乙体六六六	生活污水	0.500	78.2~85.6	81.8 \pm 6.0
		工业废水	2.00	80.0~86.0	81.9 \pm 4.3
		海水	8.00	82.1~86.5	84.3 \pm 4.3
13	七氯	生活污水	0.500	81.4~90.6	87.6 \pm 6.8
		工业废水	2.00	82.5~92.5	87.0 \pm 9.3
		海水	8.00	87.9~97.0	91.5 \pm 6.8
14	丁体六六六	生活污水	0.500	79.0~86.8	82.9 \pm 6.4
		工业废水	2.00	78.0~82.1	80.7 \pm 3.1
		海水	8.00	82.8~88.3	85.1 \pm 3.7
15	艾氏剂	生活污水	0.500	83.2~91.8	88.9 \pm 8.3
		工业废水	2.00	86.5~94.5	89.7 \pm 6.0
		海水	8.00	91.0~96.5	95.1 \pm 4.2
16	三氯杀螨醇	生活污水	0.500	106.4~110.8	108.0 \pm 2.9
		工业废水	2.00	101.0~112.5	109.0 \pm 8.2
		海水	8.00	98.4~110.6	104 \pm 10.6
17	外环氧七氯	生活污水	0.500	90.6~97.2	93.7 \pm 5.8
		工业废水	2.00	89.5~96.5	93.2 \pm 5.9
		海水	8.00	94.0~99.1	97.0 \pm 3.7
18	环氧七氯	生活污水	0.500	90.9~97.8	95.3 \pm 4.8
		工业废水	2.00	90.5~96.0	93.1 \pm 3.9
		海水	8.00	87.2~93.0	89.7 \pm 4.4
19	γ -氯丹	生活污水	0.500	87.0~92.8	89.5 \pm 4.9
		工业废水	2.00	89.5~94.0	91.1 \pm 3.2
		海水	8.00	91.7~96.7	94.7 \pm 3.6
20	o,p'-DDE	生活污水	0.500	88.0~94.8	91.3 \pm 4.6
		工业废水	2.00	87.0~92.0	90.3 \pm 3.8

序号	化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
		海水	8.00	90.0~97.3	92.4 \pm 5.3
21	α -氯丹	生活污水	0.500	87.4~94.2	90.5 \pm 4.7
		工业废水	2.00	91.0~94.0	92.1 \pm 2.2
		海水	8.00	91.0~93.4	92.0 \pm 2.4
22	硫丹 1	生活污水	0.500	89.4~92.9	90.3 \pm 2.7
		工业废水	2.00	85.5~98.5	89.8 \pm 9.6
		海水	8.00	85.6~94.8	89.8 \pm 8.8
23	p,p'-DDE	生活污水	0.500	84.6~91.2	88.9 \pm 5.2
		工业废水	2.00	88.5~100.5	93.4 \pm 9.7
		海水	8.00	86.4~93.5	90.0 \pm 6.6
24	狄氏剂	生活污水	0.500	90.4~101.4	95.0 \pm 3.8
		工业废水	2.00	88.5~98.0	92.3 \pm 7.5
		海水	8.00	92.3~97.6	94.6 \pm 3.9
25	o,p-DDD	生活污水	0.500	91.2~95.8	93.9 \pm 3.3
		工业废水	2.00	95.0~104.5	98.6 \pm 9.2
		海水	8.00	91.0~97.0	94.4 \pm 5.2
26	异狄氏剂	生活污水	0.500	74.2~78.2	76.3 \pm 3.4
		工业废水	2.00	75.5~83.0	79.4 \pm 6.7
		海水	8.00	76.3~79.1	77.9 \pm 2.3
27	p,p'-DDD	生活污水	0.500	83.4~92.8	88.5 \pm 8.0
		工业废水	2.00	85.5~92.5	88.9 \pm 4.7
		海水	8.00	89.1~92.6	91.0 \pm 2.6
28	o,p'-DDT	生活污水	0.500	87.2~101.0	92.4 \pm 10.7
		工业废水	2.00	89.5~100.5	95.7 \pm 10.3
		海水	8.00	95.0~107.6	100.9 \pm 12.2
29	硫丹 2	生活污水	0.500	95.4~100.4	97.9 \pm 3.4
		工业废水	2.00	95.3~100.0	96.8 \pm 3.5
		海水	8.00	90.3~95.0	92.6 \pm 3.5
30	p,p'-DDT	生活污水	0.500	87.6~104.2	95.9 \pm 15.6
		工业废水	2.00	82.5~98.0	90.5 \pm 9.9
		海水	8.00	87.1~91.4	88.8 \pm 3.0
31	异狄氏剂醛	生活污水	0.500	91.8~97.6	94.1 \pm 4.5
		工业废水	2.00	94.0~98.0	95.5 \pm 2.8
		海水	8.00	86.6~93.5	91.1 \pm 4.9
32	硫丹硫酸酯	生活污水	0.500	96.0~102.0	99.2 \pm 4.5
		工业废水	2.00	92.5~98.0	95.7 \pm 4.8
		海水	8.00	94.9~98.2	96.3 \pm 2.9
33	甲氧滴滴涕	生活污水	0.500	102.8~111.6	106.5 \pm 6.6
		工业废水	2.00	105.5~116.5	112.1 \pm 9.3
		海水	8.00	99.0~108.8	101.8 \pm 8.0
34	异狄氏剂酮	生活污水	0.500	94.6~101.0	97.7 \pm 5.1

序号	化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
		工业废水	2.00	98.0~102.5	100.1 \pm 4.3
		海水	8.00	97.3~103.6	100.4 \pm 5.4

附表 C.4 准确度汇总表 (固相萃取)

序号	化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
1	1,3,5-三氯苯	生活污水	0.250	40.6-43.6	42.1 \pm 2.4
		工业废水	1.00	37.6-40.9	39.5 \pm 2.6
		海水	4.00	36.6-40.1	38.3 \pm 2.8
2	1,2,4-三氯苯	生活污水	0.250	65.7-68.7	67.1 \pm 2.5
		工业废水	1.00	62.9-66.7	64.7 \pm 2.7
		海水	4.00	58.8-65.5	61.9 \pm 5.7
3	1,2,3-三氯苯	生活污水	0.250	61.9-67.3	64.8 \pm 3.9
		工业废水	1.00	56.9-63.5	60.4 \pm 5.1
		海水	4.00	56.7-64.1	60.1 \pm 6.5
4	1,2,4,5-四氯苯	生活污水	0.250	44.6-50.9	48.1 \pm 5.1
		工业废水	1.00	44.9-52.1	48.5 \pm 5.3
		海水	4.00	39.8-46.5	43.9 \pm 6.3
5	1,2,3,5-四氯苯	生活污水	0.250	53.6-62.9	57.8 \pm 6.7
		工业废水	1.00	54.1-62.8	57.9 \pm 6.3
		海水	4.00	50.1-57.6	54.4 \pm 5.3
6	1,2,3,4-四氯苯	生活污水	0.250	64.8-73.2	68.3 \pm 6.0
		工业废水	1.00	62.5-70.4	66.9 \pm 5.8
		海水	4.00	58.9-67.8	62.9 \pm 6.5
7	五氯苯	生活污水	0.250	48.0~54.8	51.6 \pm 5.1
		工业废水	1.00	51.0~56.0	52.9 \pm 4.4
		海水	4.00	45.8~54.5	49.1 \pm 6.2
8	六氯苯	生活污水	0.250	78.0~83.6	80.7 \pm 4.7
		工业废水	1.00	77.0~82.7	80.2 \pm 4.1
		海水	4.00	78.8~85.0	82.9 \pm 4.6
9	甲体六六六	生活污水	0.250	88.8~92.0	89.9 \pm 2.3
		工业废水	1.00	88.0~92.1	89.8 \pm 2.9
		海水	4.00	85.0~89.3	87.5 \pm 3.3
10	五氯硝基苯	生活污水	0.250	77.6~89.6	83.9 \pm 7.9
		工业废水	1.00	78.5~83.3	81.2 \pm 3.6
		海水	4.00	79.5~84.0	82.2 \pm 3.6
11	丙体六六六	生活污水	0.250	90.0~94.0	92.5 \pm 3.7
		工业废水	1.00	88.7~93.2	91.4 \pm 3.1
		海水	4.00	88.8~93.5	90.6 \pm 3.2

序号	化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
12	乙体六六六	生活污水	0.250	89.2~97.6	94.2 \pm 7.0
		工业废水	1.00	90.7~94.4	92.6 \pm 2.4
		海水	4.00	91.0~97.0	93.9 \pm 4.9
13	七氯	生活污水	0.250	76.4~83.6	81.0 \pm 5.4
		工业废水	1.00	73.3~77.9	75.5 \pm 3.0
		海水	4.00	75.5~79.3	77.0 \pm 2.8
14	丁体六六六	生活污水	0.250	88.0~93.3	90.2 \pm 4.8
		工业废水	1.00	91.5~96.3	93.6 \pm 3.4
		海水	4.00	85.8~90.2	88.0 \pm 3.4
15	艾氏剂	生活污水	0.250	45.6~50.8	48.1 \pm 4.8
		工业废水	1.00	49.4~53.6	51.6 \pm 3.0
		海水	4.00	46.8~51.3	48.5 \pm 3.5
16	三氯杀螨醇	生活污水	0.250	77.4~83.4	81.3 \pm 4.9
		工业废水	1.00	75.9~79.2	77.4 \pm 2.5
		海水	4.00	73.2~76.8	75.9 \pm 3.0
17	外环氧七氯	生活污水	0.250	93.2~97.2	94.7 \pm 3.4
		工业废水	1.00	90.6~95.7	92.8 \pm 3.6
		海水	4.00	86.5~94.5	89.8 \pm 6.1
18	环氧七氯	生活污水	0.250	92.4~97.2	95.5 \pm 3.5
		工业废水	1.00	84.8~88.9	87.0 \pm 2.7
		海水	4.00	86.8~93.2	89.8 \pm 4.7
19	γ -氯丹	生活污水	0.250	58.0~64.4	61.9 \pm 4.5
		工业废水	1.00	52.7~59.2	56.4 \pm 4.2
		海水	4.00	59.3~63.7	61.1 \pm 4.1
20	o,p'-DDE	生活污水	0.250	92.4~96.8	94.7 \pm 4.3
		工业废水	1.00	90.6~92.8	92.4 \pm 2.5
		海水	4.00	90.5~97.3	93.9 \pm 6.0
21	α -氯丹	生活污水	0.250	55.2~61.6	59.1 \pm 5.0
		工业废水	1.00	54.5~58.7	57.8 \pm 3.7
		海水	4.00	56.1~63.5	59.9 \pm 5.5
22	硫丹 1	生活污水	0.250	91.6~98.0	95.1 \pm 5.0
		工业废水	1.00	91.0~93.6	91.5 \pm 2.9
		海水	4.00	88.9~95.3	92.3 \pm 4.8
23	p,p'-DDE	生活污水	0.250	73.6~82.0	76.4 \pm 6.4
		工业废水	1.00	69.2~73.9	71.5 \pm 3.3
		海水	4.00	75.5~81.5	79.2 \pm 4.8
24	狄氏剂	生活污水	0.250	87.3~93.0	91.5 \pm 4.3
		工业废水	1.00	87.4~93.2	90.3 \pm 3.8
		海水	4.00	84.2~89.4	86.7 \pm 4.0
25	o,p'-DDD	生活污水	0.250	88.0~94.0	91.8 \pm 4.8
		工业废水	1.00	87.5~90.1	88.7 \pm 2.4

序号	化合物名称	基质	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%) 范围	加标回收最终值 (%)
		海水	4.00	85.2~96.7	90.1 \pm 7.7
26	异狄氏剂	生活污水	0.250	119~133	125.0 \pm 9.8
		工业废水	1.00	111~124	115.0 \pm 9.3
		海水	4.00	113.0~119.0	117.0 \pm 6.3
27	p,p'-DDD	生活污水	0.250	73.8~78.8	75.5 \pm 3.6
		工业废水	1.00	70.9~74.5	72.4 \pm 2.9
		海水	4.00	72.0~78.5	74.8 \pm 4.5
28	o,p'-DDT	生活污水	0.250	70.0~73.6	71.9 \pm 2.9
		工业废水	1.00	72.2~77.8	73.9 \pm 4.1
		海水	4.00	65.5~73.0	69.6 \pm 6.6
29	硫丹 2	生活污水	0.250	89.2~94.0	91.8 \pm 3.6
		工业废水	1.00	90.5~97.3	93.2 \pm 4.7
		海水	4.00	87.6~91.9	89.9 \pm 3.0
30	p,p'-DDT	生活污水	0.250	82.3~92.0	85.4 \pm 7.7
		工业废水	1.00	80.2~86.7	82.4 \pm 5.2
		海水	4.00	78.8~81.5	79.9 \pm 1.9
31	异狄氏剂醛	生活污水	0.250	88.4~92.8	90.5 \pm 3.0
		工业废水	1.00	87.2~92.4	90.2 \pm 3.4
		海水	4.00	86.2~90.6	88.8 \pm 3.3
32	硫丹硫酸酯	生活污水	0.250	87.4~93.7	90.7 \pm 4.4
		工业废水	1.00	88.2~95.4	92.3 \pm 5.8
		海水	4.00	88.1~93.6	91.1 \pm 3.8
33	甲氧滴滴涕	生活污水	0.250	118.3~125.8	121.9 \pm 6.0
		工业废水	1.00	111.5~114.4	112.5 \pm 2.1
		海水	4.00	104.5~115.3	109.8 \pm 7.2
34	异狄氏剂酮	生活污水	0.250	96.4~102.4	99.0 \pm 4.3
		工业废水	1.00	95.9~101.7	98.4 \pm 4.6
		海水	4.00	94.1~102.6	97.7 \pm 5.7